

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 60-248735
(43)Date of publication of application : 09.12.1985

(51)Int.CI. C08J 3/06
B01F 3/12
B01J 13/00
C08L 67/02
C09D 3/64
// C08J 7/04

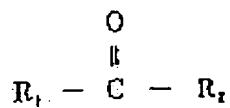
(21)Application number : 59-103689 (71)Applicant : TEIJIN LTD
(22)Date of filing : 24.05.1984 (72)Inventor : TAKAHASHI TERUO
SUZUKI KENJI
MIURA SADAMI
KANAI TAMAKI

(54) PRODUCTION OF COATING COMPOSITION DISPERSED IN WATER

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain the titled composition suitable for the coating of a subbing layer to improve the adhesivity of a base film, stably, by dissolving a water-insoluble copolymerized polyester resin in a specific organic solvent, mixing said solution homogeneously with water, and removing the solvent from the mixture.

CONSTITUTION: A water-insoluble copolymerized polyester resin (preferably a resin containing organic sulfonic acid salt, etc., e.g. 5-Na sulfoisophthalate, etc.) is dissolved in an organic solvent composed mainly of dioxane and/or the ketone of formula (R1 and R2 are 1W4C alkyl) (preferably dioxane), and the solution is mixed homogeneously with water e.g. by high-speed agitation, etc. The organic solvent is removed from the resultant mixture preferably by distillation to obtain the objective composition containing fine resin particles dispersed uniformly in water. To improve the stability of the aqueous dispersion, it is preferable to add a surfactant to the resin solution.



⑩ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭60-248735

⑬ Int.Cl. 1

C 08 J 3/06
B 01 F 3/12
B 01 J 13/00
C 08 L 67/02

識別記号

CFD

庁内整理番号

7248-4F
6639-4G
8317-4G
8118-4J

⑭ 公開 昭和60年(1985)12月9日

※審査請求 未請求 発明の数 1 (全9頁)

⑮ 発明の名称 水分散コーティング組成物の製造法

⑯ 特願 昭59-103689

⑰ 出願 昭59(1984)5月24日

⑱ 発明者 高橋 雄夫 相模原市小山3丁目37番19号 帝人株式会社プラスチック
研究所内

⑲ 発明者 鈴木 賢司 相模原市小山3丁目37番19号 帝人株式会社プラスチック
研究所内

⑳ 発明者 三浦 定美 相模原市小山3丁目37番19号 帝人株式会社プラスチック
研究所内

㉑ 発明者 佐井 玉樹 相模原市小山3丁目37番19号 帝人株式会社プラスチック
研究所内

㉒ 出願人 帝人株式会社 大阪市東区南本町1丁目11番地

㉓ 代理人 弁理士 前田 純博

最終頁に続く

明　　細　　書

3. 発明の詳細な説明

産業上の利用分野

本発明は易接着性ポリエスチルフィルムの製造に好適な水分散コーティング組成物の製造法に関する。更に詳しくは、本発明はポリエスチルフィルムに易接着性を付与する、水不溶の共重合ポリエスチル樹脂をジオキサン及び/または脂肪族ケトンを主成分とする有機溶媒に溶解し、得られる溶液を水と均一混合し、次いで得られる混合液を脱脂媒処理して有機溶媒を分離することを特徴とする水不溶の共重合ポリエスチル樹脂微粒子を均一分散せしめてなる水分散コーティング組成物の製造法に関する。

従来技術

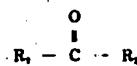
二軸延伸固定したポリエスチルフィルムは耐熱性、ガス遮断性、電気的特性および耐薬品性が他の樹脂からなるフィルムにくらべて優れている。しかし、その表面は高度に結晶化されているので、表面の親水性が高く、

1. 発明の名称

水分散コーティング組成物の製造法

2. 特許請求の範囲

水不溶の共重合ポリエスチル樹脂微粒子を水に均一分散せしめて水分散コーティング組成物を製造する方法において、該共重合ポリエスチル樹脂をジオキサン及び/または下記構造式



(但し、式中の R_1 及び R_2 は炭素数1~4のアルキル基である。)

で表わされるケトンを主成分とする有機溶媒に溶解し、得られる溶液を水と均一混合し、次いで得られる混合液を脱脂媒処理して有機溶媒を分離することを特徴とする水分散コーティング組成物の製造法。

塗料、接着剤およびインキの受容性に乏しい。

そこで、ポリエスチルフィルムの表面に合成樹脂層を設ける場合、両者の接着を強調するために、基体表面をコロナ放電処理、紫外線照射処理、プラズマ処理あるいは火焔処理を施し、表面を活性化したあと合成樹脂塗膜を被覆する手順が適用されている。

しかしながら、これらの基材表面への活性化手段は、被覆物質層に対して個別による二次結合力の増強による接着性向上は期待しうるもの、その活性は経時に低下する。しかして、このような表面の活性化手段は必ずしも満足すべきものではない。

ポリエスチルフィルム基体表面の受容性を高める他の方法として、種々の溶剤で表面を膨潤または部分的溶解するエッティング方法が提案されている。これは表面を酸、アルカリ、アミン水溶液、トリクロル酢酸またはフタルール類らの溶剤に浸漬し表面をエッティングして表面近傍の結晶配向を分解、溶解、緩和な

どを施すと同時に耐湿性を低下せしめてペイント樹脂との付着性を高めようとするものであつて、この効果は最も確実で、基材とその上に設けられる合成樹脂塗膜層の密着性は強固となる。しかしながら、この方法に用いられる薬剤には有毒のものもあつて、取扱い上危険を伴つたり、大気中に薬剤の揮散物が放出される傾れがあり作業環境の汚染をもたらさないような万全の注意が必要となるなど、実用面で種々な不利な問題がある。

この方法に類似する手段として、予め基材上にプライマー層(下塗り層)を設け、基材とは異質の表面層を薄く形成せしめたあと所望する合成樹脂層を被覆する方法がある。例えば、特開昭53-2536号公報にはコーティング物をポリエスチルフィルム上に塗布する方法が開示されているが、該コーティング物が水溶性であるため耐湿性が劣つたり、また塗布時の溶媒として有機溶剤を使用しているため、その使用環境が制約されることが多い。

い。

また、溶剤を用いたコーティング組成物の下塗り層形成に関しては、成形製膜工程とは別のプロセスにおいて噴霧処理が行われるので、処理工程中でゴミ、埃雜物などの塵埃をまきこむ危険がある。この理由からフィルムの高度化加工商品、例えばオーディオ用磁気テープ、ビデオ用磁気テープ、コンピュータ用磁気テープ、X線写真フィルム、印刷用写真フィルム、ジアソマイクロフィルムなどの精密微妙な品質を保持しなければならない用途においては、易接着性の表面がうまく形成されたとしてもベースフィルムとしての塵埃による表面欠陥があるとこれら用途には供し得ない。特に、ベースフィルムを所望する加工品に仕上げるに際し、その中間で一度加工性に富む表面に変性すべく、プライマー-コート処理の工程を設けることは、合理性を欠き、経済的あるいは工業技術上も有利とは言えない。

そこでプライマー(下塗)を施すプロセスを極力塵埃の生じにくい雰囲気すなわちポリエスチルフィルム製造の工程中で実施する場合には前述高度化フィルム加工商品の用途にも充分対応が可能となる。

このようなフィルム製造プロセスでのインライン下引処理を行うことが望まれる。この下引き処理として、例えば特開昭56-106860号、特開昭58-1727号が提案されているが、前者では接着性を改善するためのペイントの軟化点が高く200℃以上の高溫処理が必須である上に、更にフィルム表面が粗れるため表面の平坦性を要求する高級な磁気テープには不向きであり、後者では水性液のために耐湿性が劣る欠点がある。

また、このインラインにおける下引き処理には水分散液が特に好ましい。何故なら、有機溶剤を溶媒として用いてコーティング組成物を用いると、通常有機溶剤による周囲環境の汚染、安全および衛生上好ましからざる状

恩を招来し、製膜工程に悪影響を及ぼすからである。

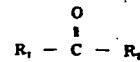
水不溶性ポリエスチル樹脂を水分散化する方法としては、従来から、(1)ポリエスチル樹脂及び水と共に乳化剤、分散剤、触媒化安定剤等を用いて乳化液又は懸濁液を造る；(2)ポリエスチル樹脂を加熱溶解させ、水又は他の媒質と接触分散させた後に不要な媒質を除去する；(3)ポリエスチル樹脂の微粒子を前もつて造り、この粒子を水に分散させ安定化させる方法がとられている。

しかし、(1)の方法では大粒の乳化剤、分散剤が必要であり、更にこの乳化剤、分散剤によって造布した共重合ポリエスチル樹脂の可塑化が起り耐湿性や耐熱性を低下する。(2)の方法では高溫のポリエスチルが水と接触するためエスチル部分の分解により分子量の低下が起り、接着性や耐熱性の劣化が起る。(3)の方法では微粒子化の工程が複雑であり、またその分散液の安定性が劣る。

コーティング加工時に於ける静電気発生による造布珠や粘着によるトラブルを防止し、更に二輪延伸ポリエスチルの種々の製造条件下に於いても、易接着性を付与した効果が発現できるプライマー薄層を造設するに適した水分散コーティング用成物を安定して製造する方法を提供することにある。

発明の構成

本発明の目的は、本発明によれば、水不溶の共重合ポリエスチル樹脂微粒子を水に均一分散せしめて水分散コーティング用成物を製造する方法において、該共重合ポリエスチル樹脂をジオキサン及び／または下記構造式



(但し、式中の R_1 及び R_2 は炭素数 1 ～ 4 のアルキル基である。)

で表わされるケトンを主成分とする有機溶媒に溶解し、得られる溶液を水と均一混合し、次いで得られる混合液を脱溶媒処理して有機

また、特開昭 55-99947 号公報に特定位成のポリエスチル樹脂を一旦アトラヒドロフランに溶解し、得られた溶液と水とを混合してから常圧、加圧下での蒸留で脱溶剤して水分散液とする方法が開示されているが、この方法では蒸留時の温度が高くなり、そのため該ポリエスチル樹脂の加水分解が起つたり、一度分散したポリエスチル樹脂が再溶解して系の粘度を高め、蒸留中に突沸を起すなどの欠点がみられる。この突沸を防止するにはポリエスチル樹脂の濃度を低く、約 1.8 重量% 以下に抑える必要がある。

発明の目的

本発明の目的は、上述の問題を解決し、ベースフィルムに塗布される種々の被覆物例えばセロファンインキ、磁気墨料、ゼラチン組成物、オフセットインキ、電子写真トナー、ケミカルマット墨料、ジアゾ墨料、ヒートシール性付与組成物、無機質被覆形成性物質等に対し優れた密着性を有し、かつこれらのコ

溶媒を分離することを特徴とする水分散コーティング用成物の製造法によつて達成される。

本発明に用いる水不溶の共重合ポリエスチル樹脂は、二塩基塗またはそのエスチル形成性誘導体とジオールまたはそのエスチル形成性誘導体とから合成される共重合の線状飽和ポリエスチルである。このようなポリエスチルの二塩基成成分としては、テレフタル酸、イソフタル酸、フタル酸、無水フタル酸、2,6-ナフタレンジカルボン酸、1,4-シクロヘキサンジカルボン酸、アジビン酸、セバシン酸、トリメリット酸、ビロメリット酸、ダイマー酸、イクコン酸等を例示することができる。また、これららの成分と共にヒドロキシ安息香酸、ト-（ト-ヒドロキシエトキシ）安息香酸等のヒドロキシカルボン酸も用いることができる。

また、ジオール成分为としてはエチレンジオール、1,4-ブタンジオール、ネオベンチルダリコール、ジエチレンジオール、ジブ

ロビレングリコール、1,6-ヘキサンジオール、1,4-ジクロヘキサンジメタノール、ナシリレングリコール、ジメチロールプロピオン酸、グリセリン、トリメチロールプロパン、ポリ(エチレンオキシド)グリコール、ポリ(アラメチレンオキシド)グリコール等を例示することができる。

この共重合ポリエスチル樹脂としては、分子内に有機スルホン酸塩及び/又はカルボン酸塩を含むものが水分散液を作ることとなり好ましい。このカルボン酸塩の導入は通常3官能のカルボン酸を用いるために重合の工程で分枝が起りゲル化しやすく、その点スルホン酸塩の導入の方がより有利である。

スルホン酸塩の基を分子内に導入するためには、例えば5-Naスルホイソフタル酸、5-アソニウムスルホイソフタル酸、4-Naスルホイソフタル酸、4-メチルアソニウムスルホイソフタル酸、2-Naスルホテラフル酸、5-Kスルホイソフタル酸、4-K

スルホイソフタル酸、2-Kスルホテラフル酸、Naスルホコハク酸等のスルホン酸アルカリ金属塩又はスルホン酸アミン塩等化合物等を用いることが好ましい。スルホン酸塩の基を有する多価カルボン酸又は多価アルコールは全多価カルボン酸成分又は多価アルコール成分中0.5~20モル%、好ましくは1~8モル%を占める。0.5モル%未満では親水性が劣り水分散化ができず、20モル%をこえると耐水性が劣る。

また、カルボン酸塩を分子内に導入するためには、例えば無水トリメリット酸、トリメリット酸、無水ビロノリット酸、ビロノリット酸、トリメシン酸、シクロブタンテトラカルボン酸、ジメチロールプロピオン酸等の化合物を用いることができる。また、カルボン酸塩はカルボン酸をアミノ化合物、アソニア、アルカリ金属等で中和することによつて得ることができる。

カルボン酸塩及び/又は有機スルホン酸塩

の基をホリマー分子内に導入する場合には公知の種々な方法を採用することができる。

例えば、

(1) 分子内にカルボン酸塩または有機スルホン酸塩の基を有する化合物を原料の1成分としてポリエスチル樹脂を合成する方法。

(2) 分子内にカルボン酸基を3個以上有する化合物を原料の1成分としてポリエスチル樹脂を合成した後にポリエスチル中の過剰のカルボキシル基をアソニア、アミン、アルカリ金属化合物等で液体中で中和させる。

等の方法がある。この方法を更に説明すると、例えば無水トリメリット酸をポリエスチル原料の1成分として用いて過剰に過剰のカルボキシル基を有するポリエスチル樹脂を造り、反応終了後にアソニア水を添加して中和し、本発明に供する水不溶性の共重合ポリエスチル樹脂を造ることができる。

かかる共重合ポリエスチル樹脂の該成分としてはテラフタール酸とイソフタール酸が好ましく、ジオール成分としては水分散化のためにネオペンチルグリコールを含有することが好ましく、かつこの割合はグリコール成分の20~80モル%の範囲が好ましい。

本発明に用いる水不溶の共重合ポリエスチル樹脂は耐湿性向上のために水に不溶であることが必須条件である。水不溶性としては、80°Cの熱水中でのホリマー溶解度が1重量%以下であり、好ましくは0.1重量%以下であり、更に好ましくは熱水で膨脹する程度が好ましい。

本発明に用いる有機高級は、ジオキサン及び/又は四防族ケトンを主成分とする有機高級であり、共重合ポリエスチル樹脂を溶解100g中に1g以上溶解することができ、また水に対する溶解度が2重量%以上であり、かつその沸点が100°C以下となる高級である。この水に対する溶解性はエンサイクロペ

ディアオブケミカルテクノロジー

(Encyclopedia of chemical technology)

Vol 12 第670頁 (1954) に記載されている方法で求めることができ 20 質量%以上の溶解度が好ましく、特に水に无限大に溶解する溶解度が好ましい。2 質量%未満の溶解性を示す樹脂は、共重合ポリエスチル樹脂の溶解を水に分散させたときに相溶性が悪く、二相に分離し安定な分散液ができなくなる。また系の沸点が 100°C より高くなると脱溶媒の操作が複雑となり、また安定な分散液を得ることが難しくなるので好ましくない。更にまた、共重合ポリエスチル樹脂の溶解性が低いと、分散液中のエマルジョン粒子が大きくなり、分散液が不安定になる。

系の沸点としては有機溶媒中では 100°C 以上であつても水との共沸点が 100°C 以下であればよい。例えば、メチルイソブチルケトンは単独では 115°C の沸点であるが、水との共沸点が 88°C であり、本発明の溶剤

も良いが、高速攪拌下の溶液に水を添加する方が徐々に樹脂を析出させることができ、分散粒子径を小さくすることができることから、より好ましい。

この溶媒一水系によつて安定な分散液が確保される理由としては、まず高速攪拌の剪断力によつて共重合ポリエスチル樹脂の溶液が微粒子化する工程において大粒子では表面積が小さいために脱溶媒化が遅く流動性を比較的長い時間保つており、この間に更に搅拌による微粒子化が可能であり、一方小粒子では体積に対する表面積の割合が大きいため急速に脱溶媒が進んで粒子の流動性が比較的短い時間で失なわれ、このため粒子同士の衝突による粒径の増大が起らす、微粒子として安定化するものと考えられる。

以上の理由から脱溶媒処理前の水一溶液分散液中の水と溶液の比は重量で 20:80 ~ 100:1 が好ましい。

また、共重合ポリエスチル樹脂溶液の濃度

として使用できる。

かかる有機溶媒としては、1,3-ジオキサン、1,4-ジオキサン、アセトン、メチルエチルケトン、ジエチルケトン、メチルプロピルケトン、メチルイソブチルケトン等を例示することができる。これらは 2 種以上併用して用いてもよく、また小割合 (例えば 20 質量%未満、更には 10 質量%未満) の他の溶媒、例えばメタノール、ジメチルエチル、ジメチルアルコール、エチルアルコール、イソブロピルアルコール等と併用することができる。これらの中ジオキサンが特に好ましい。

本発明の特徴は、分散液を製造するにあたり共重合ポリエスチル樹脂の溶液と水とを例えば高速攪拌条件下で混合して先ず溶液一水系の安定な分散液をつくり、次いで該分散液を脱溶媒処理 (例えば減圧処理) にかけて有機溶媒を分離することにある。溶液と水との混合は、高速攪拌下の水に溶液を添加して

は 1 ~ 40 質量%が好ましく、更には 5 ~ 30 質量%が好ましい。濃度が 40 質量%を越えると溶液の流動性を失い、また 1 質量%未満になるとエマルジョン粒子の流動性が大きくなり、粒子同士の衝突により粒径が増大し分散液が不安定になる。高速攪拌の手段としては例えばミキサー、ホモジナイザー等の如き高速攪拌装置を用いることができる。

かくして得られる溶液一分散液から溶媒を分離除去する脱溶媒処理としては蒸留が最も好ましい。蒸留法は操作が簡便でかつ効率が高いという利点を有する。蒸留においては、通常用いた溶媒の沸点が水より低いために先ず溶媒が沸とうし該溶媒が蒸発して外に除去され、分散液が容易に得られる。溶媒の沸点が 100°C に近い場合には減圧蒸留が好ましい。この場合常圧蒸留すると、水と溶媒との沸点差が小さく、完全な脱溶媒がむずかしく、また共重合ポリエスチル樹脂の加水分解が起りやすいので注意を要する。得られる分散液

中の残留溶媒濃度は、従来技術で述べた如くインラインコーティング時の作業環境汚染等の理由で低い方がよい。残留溶媒は5重量%以下、更には1重量%以下、特に0.1～0重量%とするのが好ましい。

かかる分散液を得るに当つて、液の安定性を増すために必须量の界面活性剤を添加することが望ましい。更にこの界面活性剤は予め共重合ポリエスチル樹脂溶液中に加えておくことが望ましいが、分散する水の中に加えることも可能である。界面活性剤としては分散液の表面張力を10 dyne/cm以下に降低でき、ポリエスチルフィルムへの離れを促進するものが好ましく、公知の多くのアニオン型界面活性剤、ノニオン型界面活性剤等の中から用いることができる。有効な界面活性剤としてはホリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸エスチル、ソルビタン脂肪酸エスチル、グリセリン脂肪酸エスチル、脂肪酸金属石けん、アル

キル硫酸塩、アルキルスルホン酸塩、アルキルスルホコハク酸塩、第4級アンモニウムクロライド、アルキルアミン硫酸塩等を挙げることができる。分散液中の共重合ポリエスチル樹脂の量は0.5～3.0重量%が好ましく、また界面活性剤量は共重合ポリエスチル樹脂1.0重量部に対して1～5.0重量部の範囲で用いることが好ましい。

このようにして得られた共重合ポリエスチル樹脂の分散液コーティング組成物はポリエスチルフィルム上に塗設することによってフィルムの接着性を向上させることができる。この分散液を塗布する方法として公知の任意の塗工法が適用できる。例えばロールコート法、グラビアコート法、ロールプラッシュ法、スプレーコート、エアーナイフコート、含浸法およびコータンコート法などを独立または組み合せて適用するとよい。

塗工を施す工程は、ポリマーを溶融押出してキャスティングした未延伸状態のフィルム

に直ちに、またはタテまたはヨコのいずれか一方方向に延伸を施した直後の基材表面を対象とするのが好ましい。プライマー層を形成せしめ、少くともその効能を発現させるためには、熱固定を受ける直前までに塗膜を乾燥せしめ、そのあと少くとも120℃以上の温度で2秒間以上塗膜を加熱することが好ましい。またプライマー層の塗設は、予め未延伸フィルム又は一輪延伸フィルムを採取し、これに樹脂乾燥をフィルム製造ライン外で行い、既に二輪延伸又は一輪延伸と熱固定を行うこともできるが、プライマー処理効果および経済性の点から、フィルム製造ラインの中で適用することが好ましい。

本発明の分散液コーティング組成物を被布するのに好適なポリエスチルフィルムは、芳香族二塩基酸またはそのエスチル形成誘導体とジオールまたはそのエスチル形成性誘導体とから合成される繊状物とポリエスチルからなるフィルムである。この繊状物とポリエス

チルとしてはポリエチレンテレフタート、ポリブチレンテレフタート、ポリエチレン-2,6-ナフタレンジカルボキシレート、ポリ(1,4-シクロヘキシレンジメチレンテレフタート)等が好ましく例示でき、これらの共重合体またはこれらと小割合の他の樹脂とのブレンド物なども含まれる。上述の繊状物とポリエスチル樹脂を溶融押出し、常法でフィルム状となし、配向結晶化並びに熱処理結晶化(ヒートセット)したものが本発明におけるポリエスチルフィルムとして好適である。特にポリエチレンテレフタートフィルムが好ましい。これらフィルムの厚さは通常4～350μである。

本発明の分散液コーティング組成物で被膜処理された易接着性フィルムはセロファンインヤ、磁気塗料、セラチン組成物、アマニ油系オフセットインヤ、電子写真用トナー組成物、ケミカルマット塗料、ジアソ塗料、ヒートシール性付与組成物、無機質被膜形成性物

物および金属基材物質に対して極めて広汎な密着付着性能を示す。

実施例

以下、実施例をあげて詳しく説明する。

なお実施例中の測定項目は次の方で測定した。また「部」とあるのは「直角部」をあらわす。

1. 粘着性

プライマー被覆処理上ポリエスカルフィルムに各種上塗り塗布物を所定の条件下においてコーナイングし、スコッチテープ #600(スリー社製)巾19.4mm、長さ8cmを気泡のはいらないように粘着し、この上をJIS C2701(1975)記載の手動式荷重ロールでならし粘着横幅部5cm間を東洋ボールドウイン社製テンションUM-IIを使用してヘッド速度300mm/分で、この試料をT字剥離し、この際の剥離強さを求め、これをテープ巾で除してg/cmとして求める。なおT字剥離において横幅

はテープ側を下にして引取りチャック間を5cmとする。

2. 耐張強度

2枚のフィルム(50mm×50mm)を処理面と反対面を重ね合せてこのフィルムの上に直徑30mmの金属プレートを載せ、このプレートに3kg/cm²の圧力を40℃×7.5%RHの雰囲気で24時間かけたのち金属プレートをはずし、2枚のフィルムの剥離状況を観察した。

評価値

剥離状況

| | |
|---|---------------|
| 4 | 全く音がせず剥離する |
| 3 | 軽い音がして剥離する |
| 2 | バリバリと音がして剥離する |
| 1 | フィルムが破れる |

なお、接着性評価を行う際に用いた塗料は以下の方法で調製した。

(評価用塗料の調製)

塗料用樹脂

塗料用ラッカーシンナーにニトロセル

ローズRS1/2(イソプロパノール25%含有フレータスタイル樹脂)を溶解し、4.0wt%溶液を調製し、該液を43.9部、続いてポリエスカル樹脂(デスマコエンサ1700バイエル社製)325部、二酸化クロム磁性粉末2.60g、分散剤・湿润剤として大豆油脂肪酸(レシオント; 増研ビタミン鉱製)、カチオン系活性剤(カチオンAB日本油脂鉱製)およびスクワレン(鯨肝油)を夫々1部、0.5部および0.8部をボールミルに投入する。メチルエチルケトン(MEKと以下略記)ノシクロヘキサンノトルエン=3/4/3(重量比)からなる混合溶液28.2部をさらに追加混合して、充分分散して母液塗料(4.5wt%)を調整する。この母液5.0部に対し、トリメチロールプロパンとトルレインジイソシアートとの付加反応物4.8部(コロネートレ:日本ポリウレタン工業鉱製)を加成

ブチル9.25%を加え、最終的に42.75wt%の評価用塗料を得た。

実施例1及び比較例1,2

媒成分としてテレフタル酸(4.9モル%), イソフタル酸(4.9モル%)及び5-Naスルホイソフタル酸(2モル%)、グリコール成分としてエチレンジリコール(5.0モル%)及びネオベンチルグリコール(3.0モル%)からなる水不溶の共重合ポリエスカル樹脂(25%)の、一クロロエチノール中で調定したポリマーの極限粘度(η)=0.55)8部を1,4-ジオキサン(水への溶解度:無限大、水との共沸点88℃)9.0部に溶解し、これにノニオン系界面活性剤ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル(HLB 12.0)2部を混合溶解した。

この溶解液に水29.0部をホモジナイザーで高速攪拌しながら徐々に滴加して母液-分散液を得た。この分散液を約2時間常圧蒸留し、1,4-ジオキサンを脱溶して安定した分散

液を得た。この分散液は2ヶ月以上安定であった。

比較のために溶媒として1,2ジクロルエタン(水に対する溶解度:0.81質量%、沸点:83.5°C)またはジメチルホルムアミド(水に対する溶解度:無限大、沸点:152.8°C)を用いたこと以外は実施例1と同様な操作を行つた。

1,2ジクロルエタンの場合(比較例1)には溶媒の水に対する溶解性が不足しているため、共重合ポリエスチル樹脂を水中に分散させた時点で2相に分離してしまつた。またジメチルホルムアミドの場合(比較例2)は、溶媒一分散物は得られたが、常圧又は減圧下での蒸留法では脱溶媒ができず、そこで水蒸気蒸留法で蒸留したが残留溶媒が5質量%以上残り、インライン用コーティング組成物としては不適格であった。

実施例2

実施例1の共重合ポリエスチル樹脂4部をメ

チルエチルケトン(水に対する溶解度26.8質量%、水との共沸点73°C)9.5部に加熱溶解し、これにノニオン系界面活性剤ポリオキシエチレン、ルフェニルエーテル1部を添加した。この溶媒に水29.5部をホモジナイザーで高速攪拌しながら徐々に添加して溶媒一分散液を得た。この分散液を400ml/gで蒸留して脱溶媒したところ安定した分散液を得た。

〈参考例〉

易接着フィルムの製造

25°Cの0.1クロロフエノール中で調定したポリマーの極限粘度0.65のポリエチレンテレフタレート(滑剤含有)を約20°Cに維持した回転ドラム上に形成押出し158°C(イクロン)の未延伸フィルムを得、次にこれを機械方向に3.5倍に延伸したのち、実施例1の分散液をキスコート法にて一軸延伸フィルムの片面に塗布した。その後、98°Cの予熱ゾーンを通過し、105°Cで3.9倍に横方向に延伸した。続いて

200°Cで4.2秒間熱処理を施し平均塗布量1.5mg/cm²で厚さ12.2μの二軸延伸プライマー被覆ポリエスチルフィルムを得た。このフィルムの処理面の接着性は110g/cmと高く、耐塗布性の評価も4と非常に良好であった。

一方、分散液のコーティングをしない以外は上記と同様に行つて粒品配向を完了せしめた二軸ポリエチレンテレフタレートフィルムを得、このフィルム上に磁性顕料を塗設し80°C1分乾燥して、その後60°C24時間エージング時の塗布厚みが平均5μKなるようヒロールコートした。この上塗り顕料の接着性は3.0g/cmであった。

特許出願人 常人株式会社

代理人弁理士 前田純博



特開昭60-248735(9)

第1頁の続き

④Int.Cl. *

3 09 D 3/64
// C 08 J 7/04

識別記号 廷内整理番号

CFD 6516-4J
7446-4F